

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-188600

(43)公開日 平成9年(1997)7月22日

(51)Int.Cl.  
C 30 B 29/62

識別記号

府内整理番号

F I  
C 30 B 29/62

技術表示箇所  
S

審査請求 有 請求項の数3 O L (全3頁)

(21)出願番号 特願平8-994

(22)出願日 平成8年(1996)1月8日

(71)出願人 000001144  
工業技術院  
東京都千代田区霞が関1丁目3番1号  
(72)発明者 田坂 穎治  
茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
物質工学工業技術研究所内  
(72)発明者 依田 智  
茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
物質工学工業技術研究所内  
(72)発明者 大崎 哲  
茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
物質工学工業技術研究所内  
(74)指定代理人 工業技術院物質工学工業技術研究所長  
最終頁に統く

(54)【発明の名称】 カーボンウイスカー及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 その直徑がマイクロメートルオーダの工業製品として取扱いの容易なカーボンウイスカー及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 カーボンウイスカーからなり、該ウイスカーの直徑が0.1~10μmであることを特徴とするカーボンウイスカー。黒鉛と水素吸蔵性金属からなる陽極と耐熱性の任意の陰極との間に、不活性ガス中でアーク放電をさせて陰極上にカーボンウイスカーを含む炭素堆積物を生成させることを特徴とする前記カーボンウイスカーの製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 カーボンウイスカーからなり、該ウイスカーの直径が $0.1\sim10\mu\text{m}$ であることを特徴とするカーボンウイスカー。

【請求項2】 中空構造を有する請求項1のカーボンウイスカー。

【請求項3】 黒鉛と水素吸蔵性金属からなる陽極と任意の陰極との間に、不活性ガス中でアーク放電をさせて陰極上にカーボンウイスカーを含む炭素堆積物を生成させることを特徴とする請求項1のカーボンウイスカーの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はカーボンウイスカー及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 2つの黒鉛電極間にアーク放電を行うとき、その陰極堆積物中にカーボンウイスカーが生成することは知られている。このようにして得られるカーボンウイスカーは、その直径が $0.1\mu\text{m}$ より小さいものであり、通常、カーボンナノチューブと呼ばれている。しかしながら、このようなカーボンナノチューブは、超微粒子であることから、工業製品としては取扱いの悪いものであった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、その直径がマイクロメートルオーダーの工業製品として取扱いの容易なカーボンウイスカー及びその製造方法を提供することをその課題とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、前記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、パラジウムに代表される水素吸蔵性金属と黒鉛からなる陽極と、耐熱性の任意の陰極との間に、ヘリウムに代表される不活性ガス中でアーク放電をさせるときには、陰極上にその直径がマイクロメートルオーダーのカーボンウイスカーを含む堆積物が生成することを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本発明によれば、カーボンウイスカーからなり、該ウイスカーの直径が $0.1\sim10\mu\text{m}$ であることを特徴とするカーボンウイスカーが提供される。また、本発明によれば、黒鉛と水素吸蔵性金属からなる陽極と耐熱性の任意の陰極との間に、不活性ガス中でアーク放電をさせて陰極上にカーボンウイスカーを含む炭素堆積物を生成させることを特徴とする前記カーボンウイスカーの製造方法が提供される。

## 【0005】

【発明の実施の形態】 本発明のカーボンウイスカーは、従来のカーボンナノチューブの場合と同様に、アーク放電装置を用いて製造される。陽極としては、黒鉛と水素吸蔵性金属からなるものが用いられる。この場合、水素

吸蔵性金属は、黒鉛中に挿入又は混入してもよく、また、黒鉛に併置してもよい。陰極としては、耐熱性加電導性の任意の材質の棒またはブロックが用いられる。陽極棒の横断面における、黒鉛が占める断面積 $S_1$ に対する水素吸蔵性金属が占める断面積 $S_2$ の比 $S_2/S_1$ は $0.01\sim0.9$ 、好ましくは $0.1\sim0.2$ である。黒鉛棒の直径は特に制限されないが、通常、 $1\sim50\text{mm}$ 、好ましくは $10\sim20\text{mm}$ である。また、両電極間の距離は、 $0.5\sim50\text{mm}$ 、好ましくは $1\sim5\text{mm}$ である。水素吸蔵性金属としては、パラジウムの他、白金、イリジウム等の従来公知のもの、特に、白金族金属が用いられる。本発明のカーボンウイスカーの作製条件を示すと、放電電流密度(直流)： $10\sim1000\text{A}/\text{cm}^2$ 、好ましくは $100\sim200\text{A}/\text{cm}^2$ 、放電電圧： $10\sim100\text{V}$ 、好ましくは $15\sim25\text{V}$ 、不活性ガス雰囲気圧： $1\sim1000\text{Torr}$ 、好ましくは $10\sim100\text{Torr}$ である。前記のようなアーク放電により、陰極上にカーボンウイスカーを含む炭素堆積物が形成されるが、カーボンウイスカーはその炭素堆積物の表面層から空間に斜めに直線的に突出するよう生成する。このカーボンウイスカーは、炭素を主成分とするもので、外見的には細長い直線的な形状を示し、その直径は $0.1\sim10\mu\text{m}$ であり、その平均直径は約 $1\mu\text{m}$ 程度である。また、その長さは $10\sim1000\mu\text{m}$ 、特に、 $20\sim200\mu\text{m}$ であり、その平均長さは約 $80\sim100\mu\text{m}$ 程度である。

【0006】 本発明で製造されるカーボンウイスカーは、多数のコーン(中空円錐体形状)が円柱状に積層した構造を持っている。コーンの頂点は閉じておらず、このカーボンウイスカー内部には空隙もしくは陽極に使用した金属の粒子が存在する。頂角が小さなコーンから構成されるカーボンウイスカーでは、空隙が連続し中空構造、即ち、パイプ形状になっている。そして、大部分のカーボンウイスカーは、円柱状積層構造体の外周表面を別のカーボン層が外層として被覆している。この外層の厚さは個々のカーボンウイスカーではほぼ一定で、 $0.1\sim4\mu\text{m}$ 程度である。この外層の表面はなめらかである。

## 【0007】

【実施例】 次に本発明を実施例により詳述する。

## 実施例

アーク放電炉としては、電極が水平載置の真空冶金(株)製のAC-3型を用いた。また、その陽極としては、直径 $15\text{mm}$ の黒鉛棒の中心部に、直径 $5\text{mm}$ の純パラジウム金属棒を挿入した構造の円柱状炭素電極を用い、陰極としては、放電部が平面の黒鉛ブロック(縦： $40\text{mm}$ 、横： $80\text{mm}$ 、高さ： $85\text{mm}$ )を用いた。また、アーク放電は、ヘリウムガスの流通下で行い、その具体的条件を示すと以下の通りである。

(1) 放電電流(直流)： $300\text{A}$

- (2) 放電電圧 : 19V  
 (3) He圧力 : 50 Torr  
 (4) He流量 : 5.0 SLM

前記条件で25分間アーク放電を行ったところ、陰極上にカーボンウイスカーを含む炭素堆積物が形成された。カーボンウイスカーは、その炭素堆積物の表面層から空間に直線的に斜め方向に突出し、それらウイスカーの間にには介在物がなく、容易に回収することができた。また、その大きさによる機械的ふるい分けも容易であった。このように得られたカーボンウイスカーは、外見的には直線状の円柱形状を示し、内部構造的には、積層コーン構造単独のものと積層コーン構造をカーボン外層が被覆した二重構造の2種類の構造が認められた。積層コーン構造は、多数の中空コーンの積層構造、即ち、第1のコーンのその中空内に第2のコーンをその先端から挿入した構造を有し、全体が円柱状に形成されたものである。多くのコーンの頂点は開いていて、このカーボンウイスカー内部には空隙もしくはパラジウムの粒子が存在した。コーン頂角の小さなカーボンウイスカーでは、空

隙が連続し中空構造、即ち、パイプ形状になっていた。一方、2重構造のものは、前記積層コーン構造の円柱体の外周表面に、別のカーボン層が外層として形成されたものである。このものは、その外層の形成により、非常に滑らかな表面を有するものである。前記カーボンウイスカーの直径は、約0.3~2μmの範囲に分布し、その平均直径は約1μmであった。また、カーボンウイスカーの大半は30~100μmの長さを有し、その平均長さは約80μmであった。前記2重構造のカーボンウイスカーの生成割合は、全カーボンウイスカーに対し、約95重量%であった。

#### 【0008】

【発明の効果】本発明によれば、従来のカーボンナノチューブよりも大きな直径を有するカーボンウイスカーを容易に得ることができる。本発明のカーボンウイスカーは、その直径がマイクロメートルのオーダーであることから、工業製品として容易に取扱うことができ、各種の用途、例えば、マイクロマシンの滑り軸や回転軸として有利に用いることができる。

#### フロントページの続き

- (72) 発明者 湯村 守雄  
 茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
 物質工学工業技術研究所内  
 (72) 発明者 内田 邦夫  
 茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
 物質工学工業技術研究所内

- (72) 発明者 栗木 安則  
 茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
 物質工学工業技術研究所内  
 (72) 発明者 伊ヶ崎 文和  
 茨城県つくば市東1丁目1番 工業技術院  
 物質工学工業技術研究所内

December 20, 2002

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-188600 ⇵ \*

(43)Date of publication of application : 22.07.1997

(51)Int.CI.

C30B 29/62

(21)Application number : 08-000994

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE &amp; TECHNOL

(22)Date of filing : 08.01.1996

(72)Inventor : TASAKA TEIJI  
YODA SATOSHI  
OSHIMA SATORU  
YUMURA MORIO  
UCHIDA KUNIO  
KURIKI YASUNORI  
IGASAKI FUMIKAZU

## (54) CARBON WHISKER AND ITS PRODUCTION

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a carbon whisker having a diameter of 1 m order and easily handleable as an industrial product and provide its production process.

SOLUTION: The carbon whisker has a diameter of 0.1-10<sup>1</sup> m. The whisker can be produced by generating arc discharge in an inert gas between an anode composed of graphite and a hydrogen-occluding metal and an arbitrary heat-resistant cathode to form a carbon deposit containing carbon whiskers on the cathode.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.01.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2863828

[Date of registration] 18.12.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Offic